## POWERED BY Dialog

Flexible pipe with silane crosslinked polyethylene sleeve - comprises making armoured pipe by passing hot water through pipe to reach at least 74 per cent crosslinking, to resist degradation Patent Assignee: COFLEXIP; COFLEXIP SA; HARDY J; MORAND M

**Inventors:** HARDY J; MORAND M

### **Patent Family**

Patent Number	Kind	Date	<b>Application Number</b>	Kind	Date	Week	Type
WO 9119924	Α	19911226				199203	В
FR 2663401	Α	19911220	FR 907576	Α	19900618	199210	
AU 9180070	Α	19920107				199217	
EP 487691	Al	19920603	EP 91911854	Α	19910618	199223	
			WO 91FR487	Α	19910618		
NO 9200615	Α	19920414	WO 91FR487	Α	19910618	199230	
			NO 92615	Α	19920217		
BR 9105793	Α	19920602	BR 915793	Α	19910618	199231	
			WO 91FR487	Α	19910618		
JP 5500686	W	19930212	JP 91510943	Α	19910618	199311	
:			WO 91FR487	Α	19910618		
AU 653533	В	19941006	AU 9180070	Α	19910618	199441	
AU 9468992	Α	19941103	AU 9180070	Α	19910618	199501	
			AU 9468992	Α	19940810		
EP 487691	B1	19950726	EP 91911854	Α	19910618	199534	
			WO 91FR487	Α	19910618		
DE 69111572	E	19950831	DE 611572	Α	19910618	199540	
			EP 91911854	Α	19910618		
			WO 91FR487	Α	19910618		
ES 2075960	T3	19951016	EP 91911854	Α	19910618	199547	
US 5514312	Α	19960507	WO 91FR487	Α	19910618	199624	
			US 92809532	Α	19920122		
			US 94258740	Α	19940909		
AU 672508	В	19961003	AU 9180070	Α	19910618	199708	
			AU 9468992	A	19940810		
RU 2073612	Cl	19970220	SU 5011590	Α	19910618	199739	
			WO 91FR487	Α	19910618		
NO 304477	B1	19981221	WO 91FR487	A	19910618	199906	

# THIS PAGE BLANK (USPTO)

			NO 92615	A	19920217	
US 5918641	Α	19990706	WO 91FR487	A	19910618	199933
			US 92809532	A	19920326	
			US 94311004	A	19940922	
	·.'	一种	US-96586306*4387	A	19960117	
			US 97861573	A	19970522	
JP 3175013	B2	20010611	JP 91510943	A	19910618	200135
			WO 91FR487	A	19910618	
CA 2064226	C	20040217	CA 2064226	Α	19910618	200414
			WO 91FR487	Α	19910618	

**Priority Applications (Number Kind Date):** FR 907576 A ( 19900618) Cited Patents: AT 286036; EP 147288; EP 87344; FR 2225681; FR 2596696; FR 2611582; GB 2059538; 1. journal ref.

### **Patent Details**

Patent	Kind	Language	Page	Main IPC	Filing Notes	
WO 9119924	Α		55			
Designated States (National): AU BR CA JP NO SU					US	
Designated Sta	ates (R	egional): A	T BE	CH DE DK ES	FR GB GR IT LU NL SE	
EP 487691	Αl	F	55	F16L-011/04	Based on patent WO 9119924	
Designated Sta	ates (R	egional): B	E DE	DK ES FR GB	IT NL SE	
NO 9200615	Α			F16L		
BR 9105793	Α			F16L-011/04	Based on patent WO 9119924	
JP 5500686	W		13	C08J-005/00	Based on patent WO 9119924	
AU 653533	В			F16L-011/04	Previous Publ. patent AU 9180070	
					Based on patent WO 9119924	
AU 9468992	A			B29C-035/06	Div ex application AU 9180070	
EP 487691	B1	F	27	F16L-011/04	Based on patent WO 9119924	
Designated States (Regional): BE DE DK ES FR GB					IT NL SE	
DE 69111572	E			F16L-011/04	Based on patent EP 487691	
				Based on patent WO 9119924		
ES 2075960	Т3			F16L-011/04	Based on patent EP 487691	
US 5514312	Α		21	B29C-047/92	Div ex application WO 91FR487	
				Div ex application US 92809532		
AU 672508	В			B29C-035/06	Div ex application AU 9180070	
				Previous Publ. patent AU 9468992		
RU 2073612	C1		19	B32B-001/08		
NO 304477	ВІ			F16L-011/04	Previous Publ. patent NO 9200615	

# THIS PAGE BLANK (USPTO)

US 5918641	A	F16L-011/00	Cont of application WO 91FR487
			Cont of application US 92809532
			Cont of application US 94311004
		\$ 3.4 Min. ( )	Cont of application US 96586306
JP 3175013	B2	19 F16L-011/04	Previous Publ. patent JP 5500686
			Based on patent WO 9119924
CA 2064226	C	F F16L-011/04	Based on patent WO 9119924

#### Abstract:

WO 9119924 A

Conduit has a sealed sheath (19) or tube (12) of hydrolytically crosslinked polyolefin, partic. polyethylene. Min level of crosslinking is at least 70% to ensure sealing of line crude oil without degradation. Conduit has distinct layers (13, 14, 16) of armour to resist axial tensile forces and internal pressure. Polyethylene sheath or tube is hydrolytically crosslinked by passing hot water through the completed pipe for the necessary time to give the required level of crosslinking.

Tube or sheath is pref. high density polyethylene of density at least 0.931 crosslinked with silane to a minimum level of 70% and partic. within 8% of the max. potential crosslinking and pref. within 5% or less. Inner dia. of the pipe is at least 25mm and the armouring will support an internal press. of at least 20 bar. Inner armour, within the polyethylene sheath, is not watertight therby allowing contact with the sheath.

USE/ADVANTAGE - For jumper or riser pipe for live amide oil up to 100 deg.C for long duration without degradation and therefore leaking at lower cost than PVDT and more relaibly than nylon which hydrolyses.

Dwg.3/10

EP 487691 B

A flexible tubular conduit comprising an inner sealing sleeve (12) obtained by the extrusion of one or more polyethylene-based compounds, at least one reinforcement layer (13,14,16) round the said inner sleeve, and an outer sleeve (17), characterised in that the said inner sleeve (12) includes a silane-grafted polyethylene and is cross-linked by hydrolysis at a crosslinking rate of at least 70% at all points of the material constituting the said sleeve, and that the density of each of the polyethylenes of the said compound or compounds is greater than or equal to 0.931 g/cm3, preferably greater than or equal to 0.940 g/cm3.

Dwg.3/10

US 5514312 A

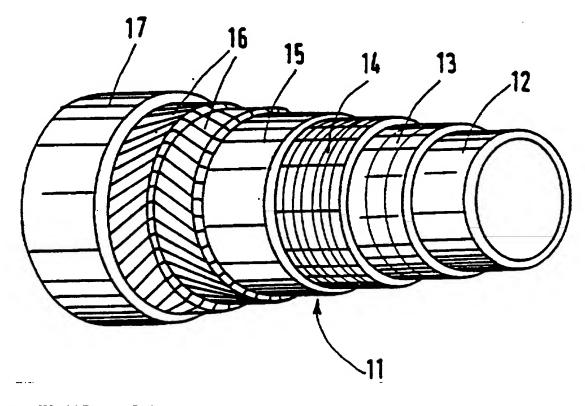
Manufacturing a flexible tubular conduit having an internal impervious jacket made of polyolefin and at least one armouring layer, where the process comprises crosslinking the internal jacket by hydrolysis reaction by: winding the flexible tubular conduit on a storage support; connecting two ends of the flexible tubular conduit to a circuit including pump device for circulating a water containing fluid in the circuit, heating device for heating the water containing fluid and control means for controlling the

# THIS PAGE BLANK (USPTO)

heating means and the pump means; actuating the pump means and the heating means for filling the flexible tubular conduit with the water containing fluid and circulating the fluid from an inlet end of the flexible tubular conduit towards an outlet end; controlling the pump device and the heating device to maintain, during a determined time necessary to obtain a desired level of crosslinking of the internal jacket, temperatures of the water containing fluid at the inlet end and outlet end of the flexible tubular conduit respectively under imposed maximum and minimum values.

THE AMERICAN STATE WASHINGTON

Dwg.1/10



Derwent World Patents Index © 2005 Derwent Information Ltd. All rights reserved. Dialog® File Number 351 Accession Number 8897243

## THIS PAGE BLANK (USPTO)

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

**PARIS** 

11) N° de publication :

(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

21) N° d'enregistrement national :

2 663 401

90 07576

51) Int CI<sup>5</sup> : F 16 L 11/04

(12)

## **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

**A1** 

- 22 Date de dépôt : 18.06.90.
- (30) Priorité :

(71) Demandeur(s) : Société Anonyme dite: COFLEXIP — FR.

(72) Inventeur(s): Hardy Jean et Morand Michel.

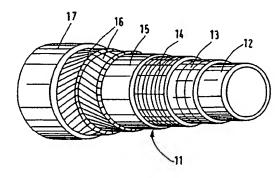
- Date de la mise à disposition du public de la demande : 20.12.91 Bulletin 91/51.
- 56 Liste des documents cités dans le rapport de recherche : Se reporter à la fin du présent fascicule.
- 60 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

73) Titulaire(s) :

74 Mandataire : Cabinet Nony & Cie.

- Conduite tubulaire flexible comportant une gaine en polyéthylène réticulé, dispositif et procédé pour la fabrication d'une telle conduite.
- (57) L'invention est relative à une conduite tubulaire flexible comportant une gaine d'étanchéité ou un tube en polyoléfine.

Ladite gaine d'étanchéité ou tube (12) est réalisé en polyoléfine réticulée par hydrolyse, notamment polyéthylène réticulé par hydrolyse.



R 2 663 401 - A1



La présente invention se rapporte à des conduites tubulaires flexibles comportant au moins un tube et/ou une gaine en polyoléfine réticulée, notamment en polyéthylène réticulé, un dispositif adapté à la réticulation de la gaine et un procédé de fabrication de la conduite tubulaire flexible.

Il est connu de réaliser des conduites tubulaires flexibles comportant au moins un tube ou une gaine d'étanchéité en matériau plastique et des nappes d'armures assurant la résistance à la pression et à la traction. En particulier, la société déposante a développé et commercialisé des conduites tubulaires flexibles à hautes performances destinées à la production de pétrole sur des gisements sous-marins, et dont il a été donné une description à la conférence "Improved Thermoplastic Materials Thermoplastic Materials for Offshore Flexible Pipes" par F.A. DAWANS, J. JARRIN, to LEFEVRE et M. PELISSON lors de la 18ème session de 1'OTC à HOUSTON (OTC 5231).

On connaît également sous le nom d'ombilicaux des canalisations constituées par l'assemblage d'une pluralité de flexibles du genre flexibles hydrauliques, et qui sont utilisés dans les mêmes installations de productions pétrolières en mer comme moyens de liaison avec des équipements éloignés pour assurer des fonctions de télécommande hydraulique ou électro-hydraulique, ou autres fonctions diverses.

On utilise pour les tubes ou gaines d'étanchéité divers matériaux plastiques.

Les polyoléfines, principalement le polyéthylène, et en particulier le polyéthylène haute densité (HDPE en terminologie anglo-saxonne) subissent des attaques chimiques de la part du pétrole brut contenant du gaz ( live crude en terminologie anglo-saxonne).

Les polyamides 11 et 12 résistent très bien au pétrole brut et sont en général satisfaisants, mais ils sont d'un coût élevé. De plus, ces polyamides peuvent subir une hydrolyse en présence d'eau. Or, les pétroles bruts contiennent souvent de l'eau. Cette hydrolyse n'a pas en général de conséquence inacceptable sur le fonctionnement des conduites tubulaires flexibles statiques. Par contre, pour des conduites tubulaires flexibles comportant une gaine en polyamide 11 ou 12 subissant des déformations alternées, comme c'est par exemple le cas pour des conduites tubulaires flexibles suspendues en chaînettes entre deux supports mobiles (jumper en terminologie anglo-saxonne) ou des conduites tubulaires flexibles destinées à la remontée du fond à la surface de pétrole brut (riser en terminologie anglo-saxonne), on peut assister à une dégradation du matériau plastique résultant en des pertes d'étanchéité si le pétrole brut comporte

5

10

15

20

25

30

35

de l'eau aqueuse et se trouve à une température relativement élevée. Ces pertes d'étanchéité proviennent de la propagation de fissures dans le polyamide partiellement hydrolysé. Dans un tel cas, même une augmentation d'épaisseur, qui se solderait pas une augmentation du coût de revient de la conduite tubulaire flexible, n'arrive pas à garantir l'étanchéité sur une longue période d'utilisation comme par exemple une période comprise entre 5 et 20 ans. La relation entre la vitesse de dégradation et la température atteinte par le matériau plastique s'exprime par une formule du type loi d'Arrhenuss. En outre, les polyamides sont d'une perméabilité relativement très élevée vis-à-vis du méthanol, qui est couramment utilisé dans les installations de productions pétrolières sous-marines, et d'autres fluides de la famille des alcools; il a ainsi été trouvé que ce phénomène est la cause des fuites importantes qui ont été observées sur des ombilicaux de grande longueur; ces constatations entraînent la nécessité de trouver un autre matériau en remplacement aux polyamides 11 ou 12 qui avaient été adoptés pour ces applications comme étant les meilleurs matériaux aptes à résister aux conditions particulières d'utilisation, en particulier la compatibilité avec le pétrole brut.

Ainsi, pour des conduites tubulaires flexibles destinées à véhiculer des hydrocarbures à haute température contenant de l'eau, ou un fluide de la famille des alcools, et en particulier soumis à des effets dynamiques, on est conduit à utiliser des plastiques comportant des fluorures de polyvinylidene (PVDF en terminologie anglo-saxonne) sous forme d'homopolymère ou de copolymère. Toutefois, les plastiques fluorés sont d'un coût extrêmement élevé pouvant dépasser 20 fois le prix du volume correspondant du polyéthylène.

Il est d'autre part connu d'améliorer par réticulation certaines propriétés du polyéthylène. Trois méthodes de réticulation pouvant être employées, par irradiation, par silane ou chimique, notamment par peroxyde. En particulier, la méthode par silane avec réticulation par hydrolyse des groupements metoxy R-Si- [OCH<sub>3</sub>] 3 a été notamment exposée par Applied Organometallic Chemistry de 1988 (dans l'exposé "Silane compound in hot-water pipe and cable technology" p. 17 à 31).

Il est connu par la demande de brevet européen 83400256 publiée sous le n°0087344 d'essayer d'améliorer le comportement mécanique des polyéthylènes, pour tubes de grands diamètres, par une réticulation chimique utilisant des peroxydes. La méthode chimique de réticulation nécessite des grandes quantités de chaleur. Elle n'a jamais pu être mise en oeuvre industriellement pour réaliser des tubes en polyéthylène pour structures flexibles hautes performances dans la mesure où l'augmentation

5

10

15

20

25

30

35

des températures nécessaire à l'obtention de la réticulation ne permet pas aux tubes de supporter leur propre poids.

La présente invention permet de remédier aux inconvénients de conduites tubulaires flexibles de types connus. Selon l'invention, on effectue une réticulation par hydrolyse d'un tube ou d'une gaine d'une conduite tubulaire flexible réalisée en une polyoléfine, avantageusement en polyéthylène, contenant du silane.

Suite aux travaux de recherche effectués par la société demanderesse, il a été trouvé, d'une façon surprenante, qu'un tube ou une gaine d'étanchéité en polyoléfine, avantageusement en polyéthylène réticulé par silane, conserve des propriétés mécaniques satisfaisantes lorsqu'il est exposé pendant des durées importantes au pétrole brut contenant du gaz (live crude) sous une température relativement élevée dépassant 60°C, et pouvant atteindre au moins 90°C et éventuellement 100°C. La compatibilité avec le pétrole brut contenant du gaz ainsi découverte est obtenue lorsque le taux de réticulation par silane est au moins égal à environ 60%, la durée de service possible variant en fonction des particularités de chaque cas d'application, mais étant toujours supérieure à 1 an, et étant normalement de plusieurs années, et pouvant atteindre par exemple 20 ans. Il a été montré dans le brevet EP 087344 cité ci-dessus qu'une telle propriété de résistance en milieu hydrocarboné peut être obtenue avec un polyéthylène haute ou moyenne densité réticulé chimiquement par peroxyde comprenant un agent plastifiant particulier. Il était par contre admis jusqu'à présent qu'un polyéthylène réticulé par silane ne peut pas être utilisé en milieu en particulier, l'utilisation de tubes en polyéthylène hydrocarboné; réticulé par silane n'était connue à ce jour que pour la réalisation d'installations de chauffage central à eau chaude avec des taux de réticulation supérieurs à 65% mais ne dépassant pas 72%.

Selon l'invention des résultats intéressants ont été obtenus en choisissant les grades de polyéthylène de base ainsi que les teneurs en promoteur de radicaux libres et en agent de réticulation (silane), et/ou en réglant les conditions de l'opération de réticulation de façon à obtenir un taux de réticulation supérieur à 75% et une densité par rapport à l'eau égale ou supérieure à 0,950.

De préférence, le tube ou la gaine étanche est constitué en un polyéthylène réticulé par silane présentant un taux de réticulation égal ou supérieur à 80%.

Des résultats particulièrement avantageux sont obtenus avec un polyéthylène réticulé par silane présentant un taux de réticulation égal ou supérieur à 85% et une densité égale ou supérieure à 0,960.

5

10

15

20

25

30

35

Pour la réalisation du mélange mis en oeuvre par extrusion pour la fabrication du tube ou de la gaine soumis ensuite à réticulation, on peut utiliser un homopolymère ou un copolymère d'éthylène ou un mélange des deux dont la densité est comprise entre 0,930 et 0,965.

La réticulation de la polyoléfine, préférablement du polyéthylène, contenant du silane, peut être réalisée par exemple par le procédé "SIOPLAS", par le procédé "MONOSIL", ou par tout autre procédé faisant appel à une réaction d'hydrolyse.

Un procédé particulièrement avantageux selon la présente invention permet d'utiliser le tube ou la conduite tubulaire flexible eux-mêmes pour véhiculer un fluide pour apporter la chaleur permettant d'assurer l'élévation et le maintien de la température nécessaire à l'obtention dans un temps raisonnable de la réaction désirée.

Dans un exemple particulièrement avantageux du procédé selon la présente invention, on effectue à l'intérieur de la conduite flexible une circulation d'eau sous forme liquide et/ou gazeuse, ou d'une solution aqueuse, pour permettre l'hydrolyse.

Dans un mode avantageux, l'eau ou le fluide contenant de l'eau mis en circulation à l'intérieur de la conduite flexible pour permettre l'hydrolyse est chauffé à une température suffisante pour provoquer la réaction désirée dans un temps raisonnable.

Il a en effet été découvert, suite aux travaux consacrés par la société déposante à l'étude des divers procédés de réticulation envisageables, que, dans le cas des conduites flexibles continues de grande longueur, telles que celles utilisées dans les installations de productions pétrolières sous-marines, et en particulier lorsque ces conduites flexibles comportent une paroi relativement épaisse composée de plusieurs couches de gaines plastiques ou élastomériques ainsi que de nappes d'armure lui conférant une résistance élevée, qu'il est particulièrement avantageux d'utiliser la conduite interne du flexible pour assurer la circulation sous pression du fluide qui apporte au tube ou à la gaine d'étanchéité l'eau et/ou les calories permettant d'effectuer la réticulation dans de bonnes conditions.

Les conduites flexibles de haute résistance avec structure à plusieurs couches, particulièrement avantageuses, ont des diamètres variant de 25 mm à 500 mm, et des pressions intérieures admissibles pouvant varier en fonction du diamètre valant au minimum 20 bars et pouvant atteindre 1000 bars.

Pour que l'opération de réticulation soit réalisée de façon correcte et dans un délai raisonnable, il est essentiel que, pendant toute

5

10

15

20

25

30

35

la durée de l'opération de réticulation, la température du tube ou de la gaine étanche concernée soit, dans toute la longueur de la conduite maintenue entre deux limites déterminées. D'une part flexible. température doit rester inférieure à une certaine limite supérieure qui est déterminée en fonction du matériau utilisé de façon à conserver les propriétés mécaniques au niveau désiré, et qui ne doit pas dépasser pour du polyéthylène une température d'environ 120°C correspondant au seuil de fusion des petites cristallites. D'autre part, la température doit rester supérieure à une certaine limite inférieure qui est fixée en fonction de l'énergie nécessaire à l'obtention d'une cinétique de réticulation compatible avec une durée d'opération acceptable, par exemple inférieure à une semaine. La température minimum étant d'au moins 85°C et de préférence 90°C pour du polyéthylène.

De facon à réaliser la réticulation dans un délai raisonnable et assurer la qualité finale du produit obtenu, les études réalisées par la société demanderesse ont montré qu'il est très important de vérifier que les limitations de température définies ci-dessus sont bien observées dans l'opération de réticulation; cette vérification permet en effet, combinaison avec le contrôle des autres facteurs intervenant l'opération, et en s'appuyant sur la référence à des essais préliminaires de réglage du processus, de s'assurer que le matériau réticulé possède exactement la qualité voulue. Une telle méthode de vérification est particulièrement intéressante dans le cas où l'on procède, ainsi qu'il est décrit ci-après, à la réticulation d'un tube ou d'une gaine recouvert par des couches d'armure et par une ou plusieurs autres gaines, ce qui rend difficile ou impossible l'inspection de la bonne réticulation de la gaine d'étanchéité; elle s'applique donc avantageusement à la fabrication des haute résistance destinées flexibles de tubulaires l'exploitation de champs pétroliers en mer qui doivent pouvoir garantir une étanchéité pendant de longues périodes, par exemple 20 ans. Le risque de pollution étant inacceptable, il est impératif de pouvoir être absolument sûr de l'absence de défaut dans la conduite tubulaire flexible réalisée.

En d'autres termes il est donc nécessaire que l'abaissement de température que subit le fluide caloporteur entre l'entrée et la sortie de sa circulation dans la conduite flexible, et qui est lié à l'apport de calories ainsi fourni au tube ou à la gaine étanche et aux déperditions thermiques, soit inférieur à une limite déterminée.

Il en résulte que la vitesse de circulation du fluide caloporteur dans la conduite flexible doit être supérieure à une certaine valeur qui peut être déterminée en fonction des caractéristiques spécifiques

5

10

15

20

25

30

35

de l'opération concernée de façon à ce que la température à la sortie de la conduite flexible ne soit pas inférieure à la limite inférieure définie ci-dessus. Le fluide caloporteur doit donc être pompé sous une pression permettant de surmonter la perte de charge résultant de la vitesse de circulation requise, et qui peut être relativement importante en fonction des valeurs envisagées de section de passage interne et de longueur de la conduite flexible.

Pour des longueurs de conduites relativement faibles, et en particulier si le diamètre est suffisamment important, on peut effectuer l'opération de réticulation sur une conduite flexible composée uniquement d'un tube étanche en polyoléfine, préférentiellement en polyéthylène, qui doit être ainsi réticulé. Dans le cas où le tube réticulé constitue la couche interne étanche d'un flexible du type à conduit interne lisse ("Smooth Bore" en terminologie anglo-saxonne) à structure composite, on peut procéder ensuite à la mise en place autour du tube interne des autres couches, couche d'armure de renforcement et gaine extérieure, ainsi qu'autres couches intermédiaires éventuelles.

Dans certains cas, la conduite tubulaire flexible est munie à l'intérieur de la gaine d'étanchéité, d'une couche, par exemple métallique, qui, bien que non étanche, s'intercalle entre la gaine étanche à réticuler et le fluide utilisé pour provoquer la réticulation, par exemple de l'eau chaude. Une telle couche métallique est par exemple constituée par un feuillard agrafé dans le cas habituel des flexibles à conduit intérieur rugueux appelés "Rough Bore" en terminologie anglo-saxonne, fabriqués par la société demanderesse. Elle constitue un obstacle qui peut nuire de façon très gênante à l'opération de réticulation, ou même la rendre pratiquement impossible dans un délai raisonnable. Dans un tel cas, 11 est selon l'invention, particulièrement avantageux, de prévoir des moyens garantissant non seulement la température pendant le temps de réaction, mais aussi une pression minimale, garantissant que le fluide présent dans la conduite tubulaire, avantageusement de l'eau, a bien atteint la gaine d'étanchéité à réticuler. La zone critique étant l'extrémité en aval de la conduite flexible où l'on trouve à la fois la température la plus basse et la pression interne la plus faible. Il a été trouvé en effet qu'un résultat satisfaisant est obtenu dans une durée d'opération raisonnable avec, en particulier, un taux de réticulation atteignant la valeur désirée, lorsque la pression interne exercée à l'extrémité en aval de la conduite flexible par la circulation du fluide utilisé est égale ou supérieure à la pression minimale définie ci-dessus. La valeur de la pression minimale est fonction des caractéristiques de la couche interne non étanche et de la structure de

5

10

15

20

25

30

35

la conduite flexible, et peut être déterminée grâce à des essais de réglage préalables. Elle peut atteindre, selon les cas, par exemple de quelques bars à quelques dizaines de bars. La circulation du fluide utilisé à l'intérieur de la conduite flexible doit être assurée sous une pression au moins égale à la somme de ladite pression minimale et de la perte de charge dans la longueur de la conduite flexible et des canalisations de raccordement.

En alternative, pour effectuer la réticulation d'un simple tube ou d'une gaine non recouverte par des couches d'armure et/ou au moins une autre gaine plastique, on peut également, selon un procédé en soi connu, disposer le tube ou la conduite gainée dans une enceinte, soit en spires posées à plat, soit en l'enroulant sur une bobine. On peut alors faire circuler dans l'enceinte de la vapeur d'eau chauffée à une température de, par exemple 90° à 100°C, à la pression atmosphérique ou sous une faible pression. Dans le cas des conduites flexibles continues de grande longueur, et en particulier des conduites flexibles de diamètre important (supérieur à 25 mm et pouvant atteindre 500 mm, couramment de 40 à 300 mm) et dont les tubes ou gaines d'étanchéité ont une forte épaisseur (de 3 mm à 12 mm ou plus) du genre des flexibles à haute résistance mécanique tels que ceux fabriqués par la société déposante, il a été trouvé que l'application de cette méthode de réticulation par l'extérieur soulève des difficultés et devient, dans certains cas, pratiquement irréalisable. En effet, du fait de leur poids et de leur longueur, ces flexibles sont normalement disposés enroulés à spires jointives et en nappes successives et nombreuses sur des bobines, de façon à faciliter leur manutention et limiter l'encombrement global du volume occupé par la conduite flexible. L'épaisseur totale des couches de flexibles ainsi enroulées les unes autour des autres devient dans un délai est alors pratiquement impossible, et il excessive, raisonnable, de porter à la température voulue les parties de la conduite qui, se trouvant au centre de l'enroulement, sont thermiquement isolées par les couches périphériques du débit de vapeur d'eau chauffée. En outre, au delà de certaines limites de longueur et de diamètre, le tube plastique en polyéthylène chauffé à la température de réticulation risquerait de se déformer de façon inacceptable.

Une solution consiste à déserrer les spires et à écarter les unes des autres les nappes; mais, outre qu'il en résulterait une augmentation préjudiciable du volume, déjà considérable, occupé par la conduite, une telle procédure compliquerait excessivement les opérations de fabrication.

Dans une variante particulièrement avantageuse, on effectue à 1'intérieur de la conduite flexible une circulation d'eau ou de fluide

5

10

15

20

25

30

. . .

5

10

15

20

25

30

35

40

contenant de l'eau chauffé à une température suffisante, le tube ou la gaine interne d'étanchéité étant recouvert d'au moins une couche d'armure de renforcement. Ceci présente un avantage très intéressant. En particulier dans le cas des conduites de grande longueur, la conduite flexible soumise aux conditions imposées par l'opération de réticulation est apte à résister aux efforts qui lui sont appliqués et qui peuvent être relativement importants, pression interne (déterminée par la perte de charge et, éventuellement la pression minimale nécessaire pour les flexibles "Rough Bore"), effort de traction (induit, en particulier, par l'effet de fond dû à la pression interne), et effort d'écrasement pour les spires centrales de l'enroulement. La méthode nouvelle de réticulation qui consiste à faire circuler le fluide utilisé par l'intérieur de la conduite flexible est ainsi facilitée et devient utilisable dans toutes les circonstances quelle que soit la longueur du flexible à traiter, grâce à la résistance mécanique que présente la structure particulière des couches constituant la paroi du flexible, alors que, précisément, les caractéristiques spécifiques de cette paroi rendent pour le moins très difficile l'utilisation d'un procédé qui consisterait à installer la conduite flexible enroulée à l'intérieur d'une enceinte remplie de vapeur d'eau chauffée.

De préférence, la conduite flexible est complètement terminée, y compris la gaine extérieure éventuelle, et avec ses organes de raccordement à chaque extrémité (les embouts) montés définitivement lorsqu'elle est raccordée à l'installation assurant la circulation et le chauffage du fluide utilisé, la conduite flexible étant, de préférence, montée enroulée à spires jointives sur une bobine.

Il est bien entendu que l'utilisation d'une cuve de réticulation par l'extérieur contenant un panier dans lequel on love la conduite tubulaire flexible à réticuler, ne sort pas du cadre de la présente invention.

De préférence, des moyens d'isolation thermique sont disposés autour du volume occupé par la conduite flexible, par exemple, panneaux isolants ou couche souple isolante montée sur l'extérieur de la bobine (ou autre organe de stockage).

Lorsque la réticulation du tube ou de la gaine interne d'étanchéité est effectuée une fois que la fabrication de la conduite flexible est achevée, les embouts étant montés aux deux extrémités, il est intéressant de pratiquer un essai hydrostatique avant de commencer l'opération de réticulation, la pression d'épreuve pouvant être égale à la pression maximale de service (design pressure en terminologie anglo-saxonne) ou à 1,5 fois cette pression. Une conduite tubulaire flexible qui, par suite

d'un défaut, n'est pas capable de supporter la pression d'épreuve est rejetée et l'on ne va pas poursuivre le processus de fabrication par réticulation de la gaine. Avantageusement, on utilise le même dispositif d'installation et de branchement de la conduite flexible pour réaliser l'essai hydrostatique et la réticulation.

Après achèvement de la réticulation, on procède avantageusement à l'essai hydrostatique final, la pression d'épreuve étant couramment égale à 1,5 fois la pression maximale de service. Cette procédure apporte l'avantage de n'avoir à effectuer le remplissage et la vidange du flexible qu'une seule fois. Il est encore possible, pour gagner du temps, de réaliser l'essai de pression hydrostatique pendant l'opération de réticulation en portant la pression de pompage du fluide utilisé à la valeur spécifiée pour l'essai, mais on est obligé de dimensionner l'installation de réticulation pour résister à la pression d'épreuve.

Dans la mesure où la gaine d'étanchéité empêche la fuite d'eau vers l'extérieur de la conduite tubulaire flexible, l'eau contenue dans la conduite tubulaire flexible ne pourra pas servir à l'hydrolyse d'autres couches de polyoléfine, notamment le polyéthylène, de la conduite Toutefois, réticulation d'autres gaines 1a flexible. comme par exemple une couche de polyoléfine, notamment en polyéthylène, protection externe, ne sort pas du cadre de la présente invention. Pour des réticulations par hydrolyse de gaines plastiques externes, il est nécessaire de fournir l'eau nécessaire à la réaction. Ceci peut être réalisé, ainsi que décrit ci-dessus, en soumettant la gaine à réticuler à l'action de vapeur d'eau chauffée, la conduite flexible étant logée dans une enceinte fermée où l'on fait circuler la vapeur d'eau. Alternativement, la chaleur peut provenir aussi bien du fluide chaud circulant dans la conduite tubulaire flexible pendant le processus de réticulation de la gaine d'étanchéité, en totalité ou en combinaison avec la chaleur apportée par la vapeur d'eau.

Dans le cas de la réticulation d'une gaine extérieure ou intermédiaire, et également dans le cas du tube ou de la gaine interne d'étanchéité, l'eau nécessaire à la réaction d'hydrolyse peut, en totalité ou en partie, être déjà contenue à l'intérieur du matériau plastique à réticuler, et/ou l'eau étant produite à l'intérieur du matériau au fur et à mesure de la progression du processus de réticulation.

La présente invention s'applique notamment à la réalisation de tubes, par exemple plastiques, pour véhiculer de l'eau ainsi qu'à la réalisation de conduites tubulaires flexibles de structures composites, comportant au moins une armure résistant à la pression interne et aux charges axiales et, de préférence, une enveloppe extérieure telle qu'une

5

10

15

20

25

30

35

: ...

5

10

15

20

25

30

35

gaine. L'armure peut comprendre une ou plusieurs nappes constituées par l'enroulement de fils métalliques, plastiques en matériau composite et/ou de fibres. En particulier, lesdites conduites tubulaires flexibles peuvent être du type à haute résistance mécanique utilisables notamment en exploitation de champs pétroliers sous-marins. Elles peuvent également être du type flexible hydraulique, en particulier dans le cas des ombilicaux constitués par l'assemblage de plusieurs lignes hydrauliques qui sont utilisées en exploitation des champs pétroliers sous-marins.

L'invention a principalement pour objet une conduite tubulaire flexible comportant une gaine d'étanchéité ou un tube en polyoléfine, notamment en polyéthylène réticulé par hydrolyse.

L'invention a aussi pour objet une conduite tubulaire flexible caractérisée par le fait qu'elle comporte une pluralité d'armures de renforcement distinctes, non liées, et une gaine extérieure, la conduite tubulaire flexible résistant au moins à une pression interne de 50 bars et ayant un diamètre interne supérieur ou égal à 25 mm.

L'invention a aussi pour objet un procédé de fabrication de conduites tubulaires flexibles comportant un tube ou une gaine d'étanchéité en polyoléfine notamment en polyéthylène dont une étape consiste à réticuler par hydrolyse le tube ou la gaine en polyoléfine notamment en polyéthylène.

L'invention a aussi pour objet un dispositif de réticulation par hydrolyse d'éléments en polyoléfine notamment en polyéthylène, comportant une source d'eau et des moyens de chauffage, caractérisé par le fait que ledit dispositif comporte des moyens pour réaliser la connexion entre la source d'eau et une conduite tubulaire flexible comportant un tube ou une gaine d'étanchéité en polyoléfine notamment en polyéthylène à réticuler.

L'invention sera mieux comprise au moyen de la description ci-après des figures annexées données comme des exemples non limitatifs parmi lesquels:

- la figure 1 est un organigramme du procédé selon la présente invention;
- la figure 2 est une vue en perspective d'un exemple de réalisation de conduite tubulaire flexible selon la présente invention;
- la figure 3 est un écorché montrant la structure d'un deuxième exemple de réalisation de conduite tubulaire flexible selon la présente invention;
- la figure 4 est un écorché montrant la structure interne d'un troisième exemple de réalisation de conduite tubulaire selon la 40 présente invention;

- la figure 5 est un écorché montrant un quatrième exemple de réalisation de conduite tubulaire flexible selon la présente invention;
- la figure 6 est un schéma montrant un premier exemple de réalisation d'un dispositif de réticulation selon la présente invention;
- la figure 7 est un schéma montrant un second exemple de réalisation d'un dispositif de réticulation selon la présente invention;
- la figure 8 est un schéma montrant un exemple de réalisation d'une conduite tubulaire flexible ombilicale selon l'invention;
- la figure 9 est un schéma montrant une conduite tubulaire flexible de type flexible hydraulique de la conduite tubulaire flexible ombilicale de la figure 8.

Sur les figures l à 9 on utilise les mêmes références pour désigner les mêmes éléments.

Sur la figure l, on peut voir les étapes du procédé selon la présente invention.

En 1, on effectue la préparation d'un matériau plastique nécessaire à l'obtention de la gaine d'étanchéité en polyoléfine.

On va en 2.

En 2, on effectue la fabrication de conduites tubulaires flexibles.

On va en 3.

En 3, on effectue la connexion de la conduite tubulaire flexible à un dispositif de réticulation selon la présente invention et l'on réalise une éventuelle isolation thermique de la conduite tubulaire flexible.

Il est ainsi particulièrement avantageux, dans le cas où la conduite tubulaire flexible concernée comporte d'autres couches autour du tube ou de la gaine d'étanchéité interne à réticuler (ainsi qu'illustré sur les figures 3,4 et 5), de procéder à l'opération de réticulation lorsque la fabrication des couches successives de la conduite est complètement terminée, les deux embouts d'extrémité étant montés définitivement et directement 1a conduite au dispositif raccorder de permettant réticulation. Ce mode de mise en oeuvre présente l'avantage de rendre possible la réalisation de conduites flexibles présentant une longueur continue plus importante, malgré l'augmentation des pertes de charge, du fait que la structure de la conduite flexible est rendue capable, grâce à la présence des armures de renfort, de résister aux pressions internes élevées ainsi créées.

Alternativement, il est également possible de procéder à l'opération de réticulation avant d'avoir réalisé l'ensemble des couches qui doivent être mises en place autour du tube ou de la gaine étanche à

5

15

20

25

30

35

réticuler. On peut ainsi raccorder la conduite flexible au dispositif de réticulation soit directement après la fabrication par extrusion du tube d'étanchéité 12 (figure 2 ou 3), ou de la gaine interne d'étanchéité 19 recouvrant le feuillard agrafé 18 (figure 4 ou 5), soit lorsque seulement une ou plusieurs des couches suivantes ont été réalisées, une ou plusieurs des couches extérieures n'étant pas encore fabriquées. Pour faciliter le raccordement, on peut monter aux extrémités des embouts provisoires.

On va en 42.

En 42 on effectue le remplissage de la conduite tubulaire flexible.

Alternativement, après remplissage et avant de commencer le chauffage, on peut procéder à un essai de mise sous pression préliminaire.

On va en 4.

En 4, on effectue le chauffage du fluide remplissant la conduite tubulaire flexible, avantageusement en assurant la circulation dudit fluide.

On va en 5.

En 5, on vérifie si la température minimale

nécessaire à l'obtention de la réticulation, correspondant au temps de traitement prévu, a été atteinte.

Sinon, on va en 4.

Si oui, on va en 6.

En 6, on poursuit la circulation de l'eau en maintenant le chauffage assurant le maintien de la température  $\theta$  min à l'intérieur de la conduite tubulaire flexible pendant la durée fixée pour l'opération.

On va en 7.

En 7 on arrête le chauffage de maintien de la température à un temps t min auquel la réticulation désirée a été atteinte.

On va en 8.

En 8, on effectue le refroidissement de la conduite tubulaire flexible selon la présente invention.

On va en 9.

35 En 9, on effectue avantageusement un test de la conduite tubulaire flexible selon la présente invention.

On va en 10.

En 10, la conduite tubulaire flexible selon la présente invention est réalisée et testée. Le procédé selon la présente invention a pris fin.

15

10

5

20

25

30

La préparation des matériaux plastiques de l'étape 1 dépend du type de conduite tubulaire flexible qu'on veut pouvoir réaliser. Pour la réalisation de conduites pour l'exploitation de champs pétroliers en mer, exigeant des conduites tubulaires flexibles de très haute qualité on réalise par exemple les deux composés suivants.

Pour 1e premier composé, on utilise par exemple du polyéthylène dont la densité par rapport à l'eau est supérieure à 0,930. On utilise avantageusement un homopolymère ou un copolymère d'éthylène ou un mélange des deux dont la densité est comprise entre 0,930 et 0,965. La première étape consiste à créer des radicaux libres par action d'un initiateur de réaction (peroxyde) de façon à permettre le greffage des fonctions silanes. On effectue alors un greffage de motifs comprenant une ou plusieurs fonctions silanes. Avantageusement, on utilise un agent de type VTMS (vinyl tri methoxy silane), du chloropropyltrimethyl metoxyl silane, des epoxy tri metoxy silane ou du metacrylate tri methoxy silane. On effectue une extrusion et une granulation.

composé, prépare un mélange de Pour 1e second on agents permettant de résister aux polyéthylène, d'un ou plusieurs rayonnements ultra-violets, d'un ou plusieurs anti-oxydants catalyseur. On utilise par exemple 500 ppm de catalyseur. On utilise par exemple comme catalyseur du dioctyl dilaurat d'étain ou du di butyle dilaurate d'étain. La quantité de polyéthylène est suffisante pour permettre 1'extrusion du second mélange. Après 1'extrusion, on effectue granulation.

Pour obtenir le matériau granulé à mettre en oeuvre pour fabriquer par extrusion le tube ou la gaine d'étanchéité en polyéthylène à réticuler on effectue le mélange des granulés des deux composés obtenus de façon à ce que les proportions du polyéthylène greffé silane correspondent par exemple à 98 % et que le mélange contenant l'anti-oxydant, l'anti U.V. et le catalyseur soit équivalent à 2 %.

Il est alors possible de réaliser par extrusion le tube ou la gaine d'étanchéité d'une façon tout à fait classique. Les opérations décrites correspondent à la mise en oeuvre d'un procédé connu, du type "SIOPLAS". Il serait également possible de procéder à la fabrication du tube ou de la gaine extrudé en suivant un autre procédé faisant appel à une réaction d'hydrolyse, tel que par exemple le procédé "MONOSIL".

L'étape 2 de fabrication de la conduite tubulaire flexible dépend du type de conduite tubulaire flexible que l'on veut fabriquer.

Dans le cas d'une conduite tubulaire flexible 11 illustrée 40 sur la figure 2 comportant uniquement un tube plastique étanche 12 en

5

10

15

20

25

30

4 4

5

10

15

20

25

30

35

polyoléfine, avantageusement en polyéthylène haute densité, la fabrication de la conduite tubulaire flexible se résume à une extrusion.

La conduite tubulaire flexible 11 de la figure 3, comporte un tube d'étanchéité 12 interne en polyéthylène, une première voûte 13 pour résister à l'effet radial de la pression, une seconde voûte pour augmenter la résistance à la pression 14, une gaine plastique intermédiaire 15, deux nappes d'armures croisées 16 pour résister à la traction axiale, et une couche plastique de protection externe 17.

La couche 12 assure l'étanchéité notamment du pétrole brut. Elle est avantageusement réalisée par extrusion à partir du mélange granulé préparé, comme décrit ci-dessus.

La couche 13 assure la résistance à la pression et garantit l'absence d'interstices trop grands entre spires. Elle est réalisée par enroulement à faible pas (spiralage) d'un fil de forme auto-agrafable (par exemple en forme de Z).

La couche 14 augmente la résistance à la pression interne et externe, elle est réalisée par spiralage d'un fil de section, par exemple rectangulaire.

La couche 15 renforce l'étanchéité de la conduite tubulaire flexible. Elle est réalisée couramment par extrusion.

Les armures croisées 16 permettent de résister à la traction axiale. Elles sont posées avec un angle par exemple à 35°.

La couche externe 17 assure la protection de la conduite tubulaire flexible pendant les opérations de pose une fois la conduite tubulaire flexible posée, elle empêche l'eau de mer de pénétrer à l'intérieur de la conduite tubulaire flexible. La couche 17 est réalisée couramment par extrusion.

La conduite tubulaire flexible 11 illustrée sur la figure 4, comporte en outre un feuillard agrafé 18 placé à l'intérieur d'une gaine d'étanchéité 19 en polyoléfine à réticuler.

La présence du feuillard agrafé 18 à l'intérieur de la conduite tubulaire flexible 11 rend difficile l'accès à la gaine d'étanchéité 19 au fluide circulant dans la conduite tubulaire 11. La possibilité de réticuler la couche 19 de conduite tubulaire flexible 11 comportant un feuillard agrafé 18 interne, repose sur la découverte qu'en maintenant une pression interne suffisante dans la conduite tubulaire flexible 11, par exemple 20 bars, on pouvait garantir que le fluide circulant dans la conduite tubulaire flexible 11, typiquement de l'eau, atteint la surface interne de la gaine d'étanchéité 19.

Sur la figure 5 on peut voir une conduite tubulaire flexible ll simplifiée comportant un feuillard agrafé 18 entourée par une gaine d'étanchéité 19, des armures croisées 16 de résistance à la traction posées avec un angle sensiblement égal à 55° pour réaliser une conduite tubulaire ll équilibrée et une gaine externe 17.

Il est bien entendu que l'utilisation d'armures non métalliques, utilisant par exemple des fibres, par exemple des fibres de verre ou des fibres disposées dans une matrice thermodurcissable ou thermoplastique, ne sort pas du cadre de la présente invention.

En 3 (de la figure 1) on effectue la connexion de la conduite tubulaire flexible réalisée à un dispositif de réticulation tel qu'illustré sur les figures 6 ou 7.

Une des originalités de l'invention réside dans l'utilisation de la conduite tubulaire flexible elle-même pour réaliser la réticulation de la gaine d'étanchéité.

En 42, on assure le remplissage de la conduite tubulaire flexible avec un fluide assurant l'apport de chaleur et/ou d'eau nécessaire à une réticulation par hydrolyse.

Avantageusement, on utilise de l'eau à une température élevée, toutefois inférieure au seuil de fusion des petites cristallites soit environ 120°C pour assurer l'élévation puis le maintien de la l'eau nécessaire à température ainsi que l'apport de d'hydrolyse. L'eau est de préférence sous forme liquide. l'utilisation de la vapeur d'eau ne sort pas du cadre de la présente invention. Pour une isolation thermique donnée, il sera souvent nécessaire d'obtenir des débits très importants de vapeur d'eau pour assurer le maintien de la température minimale garantissant la réalisation de la réticulation désirée pendant le temps de réaction. Toutefois, la vapeur d'eau ayant une très faible viscosité, le maintien de ces débits peut être assuré. Avant de procéder à la circulation de vapeur chauffée, il est avantageux de faire circuler de l'air chaud.

Avantageusement, lors de l'opération de remplissage avec de l'eau de la conduite tubulaire flexible, on s'assure de chasser l'air pour éviter de former un mélange difficilement contrôlable.

En 4, on assure le chauffage initial nécessaire pour atteindre à l'extrémité en aval de la conduite flexible au moins la température minimale  $\theta$  à laquelle on veut voir se réaliser la réaction de réticulation. Cette condition est obtenue en effectuant la circulation du fluide utilisé, par exemple de l'eau, avec un débit suffisamment élevé pour que l'abaissement de la température de l'extrémité

5

10

15

20

25

30

35

amont à l'extrémité en aval de la conduite reste inférieure à la valeur minimale fixée pour l'opération, en fonction, en particulier, de la durée prévue pendant laquelle on doit assurer la circulation d'eau chaude en maintenant la température dans les limites déterminées. Simultanément, on s'assure que l'intensité du chauffage reste à l'intérieur des limites telles que la température à l'extrémité amont de la conduite flexible reste inférieure température θ<sub>max</sub> la maximale imposée. Cette  $\theta_{max}$ , par exemple 98°C, est fixée de façon à ce que la résistance à la compression du polyéthylène reste supérieure à un certain minimum, par exemple 5 MPa.

Comme on le voit en 5, on maintient le chauffage initial réglé de façon à ce que la température d'entrée ne dépasse pas  $\theta_{max}$ , ainsi que le débit, tant que la température minimale n'a pas été atteinte.

Ainsi, par exemple, l'intensité du chauffage et le débit d'eau sont réglés de façon à ce que la température  $\theta$  en tout point du tube ou de la gaine à réticuler soit maintenue entre 92 et 98°C (98°C à l'entrée et 92°C à la sortie).

Quand la température minimale a été atteinte, on continue, comme illustré en 6, à faire circuler l'eau en contrôlant l'intensité du chauffage et le débit de façon que les températures à l'entrée et à la sortie de la conduite flexible restent respectivement inférieures à  $\theta_{\min}$ . L'opération supérieures à est ainsi pendant un temps minimal garantissant le taux de réticulation désiré. Par exemple, avec le polyéthylène décrit plus haut, on obtient pour une température minimale de 92°C à l'intérieur de la conduite tubulaire flexible, pendant un temps t égal à quatre jours, une réticulation d'au moins 75 %; une prolongation du processus permet en combinaison avec une augmentation du taux de VTMS, de peroxyde et de catalyseur d'atteindre une réticulation de 85 %. La durée minimale pendant laquelle l'opération réticulation doit être réalisée pendant l'étape 6, à partir du moment où la température minimale atteinte en tout est point canalisation, est déterminée à partir d'essais préliminaires qui ont pour but de déterminer la cinétique de réticulation. On peut ainsi procéder à la réticulation de divers échantillons d'un matériau identique à celui prévu pour la fabrication du tube ou de la gaine en polyoléfine réticulée, ces essais de réticulation étant réalisés à des températures variées. Pour chacune des températures de réticulation ainsi essayées, on mesure, en fonction de la durée d'opération, l'évolution du taux de réticulation obtenu, cette détermination pouvant avantageusement être faite par la mesure du taux de gel. Dans les conditions de mise en oeuvre de l'invention, il a

5

10

15

20

25

30

35

été trouvé que la température de réticulation doit être, avantageusement, supérieure à 85°C et de préférence à 90°C, ce qui permet d'obtenir dans un délai raisonnable, un taux de réticulation au moins égal à 80% du taux de réticulation potentiel, et pouvant, couramment, atteindre près de 100% de cette valeur. Pour un matériau réticulable de composition donnée, le taux potentiel correspond à la valeur limite vers laquelle tend le taux lorsque la durée de l'opération augmente. Il est particulièrement important dans le cas de la fabrication des conduites flexibles destinées aux installations pétrolières en mer, de réduire le temps requis pour l'opération car il retarde le délai de livraison, ce délai étant généralement d'une importance critique.

Sur la base des essais préliminaires, on détermine ainsi la durée minimale requise pour l'opération de façon à obtenir le taux de en fonction de la température envisagée, réticulation fixé, température devant correspondre à la température minimale à respecter en tout endroit du matériau soumis à réticulation, c'est-à-dire dans la pratique, à la température de sortie θ sortie à l'extrémité en aval de conduite raccordée au dispositif de réticulation. La température θ entrée à l'extrémité amont étant fixée à une valeur donnée limitée à décrit ci-dessus, maximum définie comme déterminer le débit de circulation d'eau nécessaire pour maintenir la chute température (0 entrée - 0 sortie) inférieure à la valeur prévue đе les pertes de charge correspondantes ainsi que, en fonction de l'isolation thermique 22, la puissance de chauffage permettant de maintenir la température 0 entrée à la valeur fixée. Il est ainsi possible, dans chaque cas, d'optimiser les paramètres de conduite de l'opération, la durée totale pouvant être réduite au prix d'une augmentation du débit et de la puissance de chauffage.

Les paramètres de conduites de l'opération étant ainsi fixés pour une fabrication donnée, on peut garantir sur ces bases la qualité finale du produit en réalisant l'opération de réticulation pendant une durée au moins égale à la durée minimale déterminée, comme ci-dessus, le débit de circulation d'eau chaude étant maintenu à une valeur au moins égale à la valeur également mentionnée ci-dessus. La température  $\theta$  entrée étant mesurée par un capteur, par exemple un thermocouple 44 monté sur le circuit du dispositif de réticulation juste avant son raccordement avec l'extrémité amont de la conduite flexible, l'intensité de chauffage est réglée en permanence de façon à ce que  $\theta$  entrée soit toujours au moins égale à la valeur prévue comme ci-dessus, tout en restant inférieure à la limite  $\theta$  par référence aux essais préliminaires, on a ainsi l'assurance

5

10

15

20

25

30

35

:· .

5

10

15

20

25

30

35

40

que le taux de réticulation obtenu est en tout point de la conduite flexible, au moins égal au taux fixé, y compris à l'extrémité en aval de la conduite, là où la température, et par conséquent le taux de réticulation, sont les plus faibles. On peut compléter le dispositif avec une mesure directe de  $\theta$  sortie par un deuxième capteur, par exemple un thermocouple 45 sur le circuit de réticulation juste après son raccordement avant l'extrémité en aval de la conduite flexible.

En outre, on peut, lorsqu'une opération de réticulation a été réalisée, pour la première fois, sur une conduite flexible de caractéristiques données et dans des conduites opérationnelles données, vérifier le résultat obtenu en coupant l'embout de l'extrémité en aval pour mesurer directement le taux de réticulation. Cette vérification sur la première fabrication permet alors de qualifier toutes les fabrications ultérieures pour les conduites flexibles de mêmes caractéristiques.

Dès que le temps minimal a été atteint, on est sûr d'être en présence d'une gaine d'étanchéité réticulée au taux désiré.

On notera qu'une première étape préliminaire de réticulation a déjà été réalisée pendant la phase transitoire de montée en température correspondant aux étapes 4 et 5, et que, de la même façon, une étape complémentaire de réticulation est accomplie pendant la phase transitoire finale de refroidissement correspondant à 1'étape 8. Ces complémentaires du processus de réticulation venant s'ajouter à l'opération principale de réticulation qui est accomplie pendant une durée au moins égale à la durée minimale et correspond à l'étape 6, il en résulte une marge de sécurité permettant de renforcer l'assurance que le taux de réticulation visé a bien été obtenu. Alternativement, il est également possible de prendre en compte, en tout ou en partie, le complément de processus de réticulation résultant des phases transitoires initiale et finale.

A ce moment là, étape 8 de la figure 4, il est possible d'effectuer le refroidissement de la conduite tubulaire flexible. Ce refroidissement peut être obtenu par exemple en enlevant l'isolation thermique 22, décrite ci-après, mise en place à l'étape 3 et ou en assurant le refroidissement de l'eau circulant dans la conduite tubulaire flexible.

Avantageusement, pour plus de sécurité, on effectue une mesure de la réticulation obtenue chaque fois que l'on change de caractéristique importante de la conduite tubulaire flexible risquant d'influencer le processus de réticulation. Ce test est par exemple effectué en démontant l'embout du côté aval, en découpant une partie de la gaine réticulée et en mesurant le taux de réticulation atteint. On remonte un embout si la conduite tubulaire flexible répond au cahier des charges.

Les conduites tubulaires flexibles doivent nécessairement subir en fin de fabrication un test en les soumettant à une pression hydrostatique. Dans le cas où la conduite tubulaire flexible ll se trouve dans son état de fabrication final, les embouts d'extrémité 25 étant déjà montés, il est possible de procéder à l'étape 9 à l'essai de pression de fin de fabrication. Dans le cas où la conduite ll raccordée au dispositif de réticulation se trouve dans un état intermédiaire de fabrication et doit être complétée par d'autres couches de la structure telles que voûte de pression et/ou armure et/ou autres gaines extrudées, la conduite est déconnectée à la fin de l'étape 8, en vue de procéder à l'achèvement de la fabrication de façon classique. Il est bien entendu que les conduites test 1e est effectué flexibles οù dont non testées tubulaires ultérieurement, ne sortent pas du cadre de la présente invention.

Sur la figure 6, on peut voir un premier exemple de réalisation de dispositif de réticulation selon la présente invention. Le 15 dispositif de la figure 6 comporte une source d'eau chaude et des moyens pour faire circuler l'eau chaude dans la conduite tubulaire flexible 11. L'eau chaude provient par exemple d'un premier réservoir 20 contenant de l'eau à 80°C pour assurer le préchauffage de la conduite tubulaire flexible 11 ou d'un second réservoir 21 contenant l'eau dont la température est 20 comprise entre 95 et 98°C. Les réservoirs 20 et 21 sont reliés, à l'aller comme au retour, par des vannes 26 au circuit général d'eau. Dans l'exemple de la figure 6, l'eau est mise en circulation par un ensemble de deux pompes 27. La pression assurée par les pompes 27 est déterminée en fonction du débit requis par les pertes de charge dans la longueur de la conduite 25 flexible et dans les canalisations et organes du dispositif de réticulation, ainsi que, le cas échéant, par la pression minimale prévue à l'extrémité en aval de la conduite flexible principale. Le circuit d'eau principal est connecté, par l'intermédiaire de dispositifs de connexion 24, permettant l'introduction de racleurs ou autres souris dans le circuit de canalisation, 30 à des embouts 25 préalablement montés à chaque extrémité de la conduite tubulaire flexible 11. Dans l'exemple illustré sur la figure 6, la conduite tubulaire flexible est enroulée sur un support 23, avantageusement sur une bobine. Elle est isolée thermiquement par une isolation thermique 22. Le seul fait d'enrouler la conduite tubulaire flexible sur une bobine 23 limite 35 les déperditions calorifiques à une puissance de, par exemple, 180 kW pour une température externe de 0°C et une température d'entrée de 98°C et avec une différence de température entre l'entrée et la sortie de la conduite tubulaire flexible à réticuler de 6°C. L'isolation thermique peut consister par exemple en une isolation des joues et des spires externes. Les 40

5

· ·

5

10

15

20

25

30

35

40

déperditions thermiques dépendent des dimensions de la bobine et de la qualité de l'isolation. Dans un exemple de réalisation de l'isolation thermique, les pertes sont égales à 70 kW pour une bobine d'un diamètre de 8,2 m.

L'isolation thermique est particulièrement avantageuse dans le cas des diamètres relativement petits, inférieurs à environ 100 mm.

1a figure 7, on peut voir un second exemple réalisation du dispositif de réticulation selon la présente invention. Le dispositif de la figure 7 comporte un réservoir 20 susceptible de remplir le circuit de circulation d'eau ainsi que la plus grosse conduite tubulaire flexible que l'on veut pouvoir traiter. Le dispositif selon la présente invention comporte un dispositif de chauffage 35 assurant l'élévation et le maintien de la température nécessaire à la réaction de réticulation. La circulation de l'eau de la conduite à réticuler est assurée, par exemple, par une des deux pompes 27 présente dans le circuit. Le maintien d'une pression minimale à l'extrémité en aval de la conduite tubulaire flexible est avantageusement assuré par une pompe 29 induisant, par exemple une pression inverse de 20 bars. Alternativement, la pression minimale peut être obtenue en faisant circuler le fluide sortant de la conduite flexible à travers un orifice calibré tel qu'une buse, ou en branchant sur le circuit de fluide un accumulateur à gaz réglé à la pression voulue.

Avantageusement, le refroidissement de l'étape 8 de la figure 1 est assuré par un dispositif de refroidissement 36 qui peut être isolé par des vannes 26. Dans l'exemple illustré sur la figure 7, un groupe d'épreuves hydrauliques 43 permet d'assurer l'essai de pression de la conduite tubulaire flexible après réticulation. Avantageusement, le dispositif selon la présente invention comporte des dispositifs classiques permettant le fonctionnement des circuits hydrauliques. L'entraînement, notamment des pompes, est assuré par des moteurs électriques 28. Un adoucisseur 40 fournit au réservoir 20 une eau débarrassée des sels minéraux. Un poste d'injection 41 fournit au circuit hydraulique des agents inhibiteurs de corrosion.

On peut être amené à devoir traiter des conduites tubulaires flexibles dont le diamètre interne est compris par exemple entre 10 et 500 mm, typiquement entre 75 et 300 mm. De plus, pour un même diamètre de bobine de stockage 23 la longueur stockable augmente avec la longueur et lorsque le diamètre diminue. Par exemple, pour des conduites tubulaires flexibles classiques pour l'exploitation pétrolière en mer, on peut stocker 6,2 km de conduites tubulaires flexibles d'un diamètre interne de 75 mm et 950 m de conduites tubulaires d'un diamète interne de 300 mm. Les pertes de charge augmentant avec la longueur et lorsque le diamètre diminue. Il

s'avère avantageux d'utiliser une pompe différente pour les conduites tubulaires flexibles dont le diamètre interne est par exemple inférieur à 75 mm de celle utilisée pour les conduites tubulaires flexibles d'un diamètre interne égal ou supérieur à 75 mm.

Le débit nécessaire pour maintenir la différence de température (θ entrée - θ sortie) inférieure à la limite fixée est assuré par les pompes 27. Pour les dimensions en diamètre et longueur de conduites tubulaires flexibles habituellement réalisées, telles que décrites ci-dessus, le débit nécessaire varie entre par exemple 5 tonnes d'eau à l'heure pour un diamètre interne de 50 mm, et environ 50 tonnes à l'heure pour un diamètre interne égal ou supérieur à 150 mm. Dans le cas où les capacités de stockage sur bobine ou dans un panier pourraient être, dans l'avenir, 2 à 5 fois, par exemple, plus grandes qu'actuellement, le débit nécessaire pourrait atteindre 100 à 200 tonnes à l'heure.

Dans le cas de la figure 7, les moyens de chauffage 35 nécessaires, dans une première phase, de l'opération correspondant aux étapes 4 et 5, pour obtenir la température  $\theta$  min en tout point de la conduite 11 dans un délai raisonnable, (c'est en général le critère de dimensionnement de la puissance de chauffage) et, par la suite, pendant les étapes 6 et 7 à compenser les déperditions thermiques de manière à assurer le maintien de la température au dessus de  $\theta$  min , comprennent une chaudière 33, générant de la vapeur basse pression, effectuant le réchauffement du circuit d'eau principal, par l'intermédiaire d'un échangeur 31. Avantageusement, le circuit vapeur basse pression comporte un groupe d'expansion 32. Le retour de la vapeur condensée à la chaudière 33 est assuré par une pompe 30. Dans l'exemple illustré, la chaudière est chauffée par des brûleurs à gaz 34. La chaudière a par exemple une puissance de 600 kW pour le traitement d'une bobine et de 1000 kW pour le traitement simultané de quatre bobines 23 de conduite tubulaire flexible.

Pour pouvoir garantir que la température de l'eau circulant dans la conduite tubulaire flexible à traiter n'excède pas la température maximale fixée  $\theta_{\rm max}$ , le circuit d'eau est muni d'une première vanne, trois voies 39, permettant de mélanger l'eau chaude provenant de l'échangeur 31 avec l'eau refroidie en provenance de la conduite flexible et qui a été portée par l'une des pompes 27 à la pression permettant d'assurer la valeur de débit fixée. On peut ainsi régler la température  $\theta$  entrée dans la conduite flexible à la valeur fixée, la température  $\theta$  entrée d'entrée étant mesurée par un capteur 44, par exemple un thermocouple, ce qui permet de garantir que la température de l'eau circulant dans la conduite n'excède pas la température maximale  $\theta$  max fixée. Une

5

10

15

20

25

30

35

seconde vanne 3 voies 39 permet le remplissage initial de la conduite tubulaire flexible à traiter en connectant le réservoir 20 à une des pompes 27. Une fois le remplissage effectué, la seconde vanne trois voies 39 permet de former un circuit fermé excluant le réservoir 20.

Avantageusement, les circuits de refroidissement 36 comportent un aero réfrigérant comportant une hélice 37 entraînée par un moteur électrique 28 soufflant sur un radiateur 38. Pour un débit d'air de 50 tonnes à l'heure, avec une température externe de 20°C, on arrive à ramener la température d'une conduite tubulaire flexible de 98°C à 35°C au bout de 24 heures.

On a ainsi par exemple obtenu les valeurs suivantes :

#### EXEMPLE 1:

- § essais sur un flexible type "Rough-Bore"
- diamètre: 101,6 mm
- épaisseur de la gaine 19 en polyéthylène : 6 mm
  - température minimale maintenue à la sortie
    - θ<sub>min</sub>: 90°C
  - taux de réticulation obtenu égal à :
    - . au bout de 60 heures = 65%
    - . au bout de 90 heures = 70%
    - . et pratiquement égal au taux de réticulation potentiel de 72% en moins de 120 heures.

#### Valeurs suivantes:

#### EXEMPLE 2:

- \$ conduites lisses (Smooth Bore) avec tube interne 12 en
  polyéthylène:
  - tube interne 12 de diamètre 63 mm, épaisseur 5 mm
  - température minimale assurée : 95°C
  - durée de l'opération de réticulation : 48 heures
  - taux de réticulation obtenu : 71%
     pour un taux de réticulation potention de 74%

#### EXEMPLE 3

- § tube interne 12 de diamètre 304,8 mm, épaisseur 10 mm
- longueur de conduite flexible : 950 mètres
- température minimale : 92°C
  - durée : 96 heures
  - taux de réticulation obtenu : 69%
     avec un débit d'eau chaude : 50 tonnes/heure, assurant une réduction de température (θ entrée θ sortie)
- 40 = 6°C et déterminant une perte de charge dans la conduite

30

15

20

flexible 11 égale à 0,025 bars.

#### EXEMPLE 4

- § tube interne 12 de diamètre 50,8 mm, épaisseur 10 mm
- longueur de conduite : 7000 m
- température minimale : 92°C
- durée : 96 heures
- taux de réticulation obtenu : 69% avec un débit d'eau chaude : 9 tonnes/heure, assurant une réduction de température = 6°C en association avec une isolation thermique importante et déterminant une perte de charge de 34 bars.

#### EXEMPLE 5

- § Tube interne de diamètre 101,6 mm
- épaisseur : 6 mm
- conduite de longueur : 6000 m
- température minimale : 94°C
- durée : 72 heures
- taux de réticulation obtenu : 68% pour un taux de réticulation potentiel de 70% avec un débit de 25 tonnes d'eau par heure, assurant une différence de température de 4°C et déterminant une perte de charge 9,5 bars.

Des échantillons de tube d'épaisseur 6 mm réalisés en polyéthylène présentant des taux de réticulation variant entre 70 et 74% et une densité de 0, 945 ont été placés dans une enceinte autoclave chauffée à  $100^{\circ}$ C, et alternativement remplie de pétrole brut et de méthane. Les échantillons sont ainsi soumis à une succession de cycles de pressurisation et dépressurisation, la pression variant très rapidement entre 100 bars et la pression atmosphérique, et des séries successives de cycles élémentaires étant répétées à raison de 20 cycles élémentaires pour chaque série durant 200 heures. Actuellement, les échantillons ont subi 30 séries de 20 cycles, la durée totale déjà atteinte étant de 6000 heures. On n'a observé aucune trace de cloquage ni de fissuration dans les échantillons.

Sur la base de l'expérience acquise relative au comportement des polymères et/ou copolymères en service dans les conditions réelles d'utilisation, en comparaison avec les résultats obtenus par les mêmes matériaux soumis à la procédure d'essai décrite ci-dessus, les résultats obtenus montrent que, contrairement à ce qui était admis jusqu'alors, des tubes ou gaines en polyoléfine, et particulièrement en polyéthylène,

10

5

20

25

30

35

· ; .

5

10

15

20

25

30

35

40

réticulé par silane présentent une compatibilité tout à fait satisfaisante avec les hydrocarbures bruts.

Les essais (sur échantillons) décrits ci-dessus sont réalisés en appliquant une méthode dont le principe a été exposé lors de la conférence "Improved Thermoplastic Materials Thermoplastic Materials for Offshore Flexible Pipes" donnée par F.A. DAWANS, J. JARRIN, to LEFEVRE et M. PELISSON lors de la 18ème session de 1'OTC à HOUSTON (OTC 5231) citée ci-dessus et qui a été mise au point de façon à pouvoir évaluer la compatibilité des matériaux plastiques ou élastomériques avec les hydrocarbures, en éprouvant leur résistance au cloquage (blistering en terminologie anglo-saxonne), au gonflement et à la détérioration en présence d'hydrocarbures gazeux et liquide, et qui permet, en particulier, de comparer les divers matériaux envisageables pour de telles applications.

La présente invention a aussi pour objet la réticulation par silane du tube interne étanche 12, en polyoléfine, avantageusement en polyéthylène, d'une conduite flexible 11 incorporée à un faisceau flexible du type ombilical dont un exemple de réalisation est illustré sur la figure 8. Les flexibles ombilicaux peuvent être utilisés dans les installations de télécommande hydraulique ou électro-hydraulique d'équipements sous-marins, en particulier pour la production de gisements pétroliers, ainsi que pour assurer le contrôle des puits, l'injection de fluides ou autres fonctions associées à l'exploitation du gisement, y compris, le cas échéant, le transport d'huile ou de pétrole brut. Il est important que la conduite d'injection d'un fluide soit, d'une part, étanche aux divers fluides à transporter et, d'autre part, soit compatible avec ces divers fluides. L'utilisation du polyéhthylène réticulé par silane comme tube d'étanchéité interne permet de diviser par environ 50 la perméabilité au méthanol, par exemple, par rapport au polyamide 11.

L'exemple de flexible ombilical 57 illustré sur la figure 8 comporte en son centre un assemblage comprenant quatre conduites tubulaires flexibles hydrauliques 11.2 de faible diamètre interne, par exemple sensiblement égal à 6 mm ainsi que quatre conduites tubulaires flexibles hydrauliques 11.1 d'un diamètre interne égal à 12 mm disposées autour de l'assemblée centrale constituée par les quatre flexibles hydrauliques 11.2. Le flexible ombilical de la figure 8 comporte en outre 3 faisceaux 54 de conducteurs électriques. Chaque faisceau 54 comporte quatre paires de conducteurs électriques 52 isolés. Les conducteurs électriques 52 sont par exemple destinés à véhiculer des signaux de télécommande.

Les conduites tubulaires flexibles 11.1 et les faisceaux 54 ainsi que les conduites tubulaires flexibles 11.2 sont disposés en hélices,

continues ou alternées, avec inversion périodique de l'angle de l'hélice (arrangement SZ).

Avantageusement, la conduite tubulaire flexible ombilicale comporte une gaine externe 55 avantageusement réalisée par extrusion en polyéthylène basse densité (LDPE) ainsi que des armures 56 qui sont par exemple réalisées en fil d'acier rond. Le flexible ombilical peut, en outre, comporter une gaine intermédiaire 53 servant d'assise aux armures 56, par exemple en polyéthylène extrudé faible densité.

Dans l'état actuel de la technique, le tube interne étanche des flexibles hydrauliques tels que 11.1 et 11.2 est couramment réalisé, par exemple en polyamide 11, ou encore en polyether élastomérique tel que vendu sous la marque l'HYTREL par la Société Dupont de Nemours, ces matériaux étant en général considérés comme étant d'une compatibilité à peu près satisfaisante par rapport aux fluides variés à transporter, c'est-à-dire comme n'étant pas sujet à se dégrader d'une façon inacceptable en présence de l'un ou l'autre de ces divers fluides. Par contre, il a récemment été trouvé que leur perméabilité excessive au méthanol et aux alcools en général, est extrêmement nuisible dans certains cas d'application.

Le flexible ombilical selon l'invention, tel que décrit en figure 8, est caractérisé par le fait qu'au moins l'une des conduites tubulaires flexibles hydrauliques qu'il comporte, telles que 11.1 et 11.2, est une conduite flexible 11 selon l'invention, c'est-à-dire qu'elle comporte un tube interne étanche 12 en polyoléfine, notamment en polyéhtylène, réticulé par hydrolyse.

Sur la figure 9, on peut voir un exemple de réalisation d'une conduite tubulaire flexible hydraulique 11. Selon l'application, elle doit pouvoir supporter une pression comprise entre 100 et 500 bars, typiquement 350 bars. La conduite tubulaire flexible 11 a, par exemple, un diamètre interne pouvant varier de 3 mm à 30 mm. La conduite 11 comporte un tube interne 12, une armure 16 et une gaine externe 17. Le tube interne 12 est réalisé en polyoléfine, notamment en polyéthylène réticulé par silane. L'armure 16 comporte par exemple des fibres, avantageusement en polyamide aromatique, par exemple aramide telles que les fibres vendues sous la marque Kevlar par la Société Dupont de Nemours ou sous la marque Twaron vendues par la Société Akzo. Les fibres sont par exemple posées en hélices (nappées), tissées ou guippées. Dans une variante de réalisation on utilise des armures 16 comportant des fils métalliques, par exemple en acier. La gaine externe 17 est avantageusement extrudée. Elle est réalisée par exemple en polyamide ou en polyuréthane.

5

10

15

20

25

30

La réticulation du tube 12 des conduites tubulaires flexibles hydrauliques 11 (telles que 11.1 et 11.2 de 1a figure 8) est réalisée soit par l'extérieur, avant la pose de l'armure 16 et de la gaine externe 17, soit en faisant circuler, par exemple, de l'eau chaude à l'intérieur du tube 12. Cette dernière méthode peut être appliquée aussi bien au tube 12 seul, qu'à la conduite tubulaire flexible hydraulique 11 (telles que 11.1 et 11.2) ou même à la conduite tubulaire flexible ombilicale de la figure 8 terminée.

En outre, on peut également réaliser les gaines extérieure 55 ou intermédiaire 53 du flexible ombilical de la figure 8, ou la gaine extérieure 17 du flexible 11 (tel que 11.1 et 11.2) en polyéthylène réticulé par silane, l'apport d'eau et/ou de chaleur nécessaire à la réticulation se faisant par l'extérieur.

15

10

#### REVENDICATIONS

- 1. Conduite tubulaire flexible comportant une gaine d'étanchéité ou un tube en polyoléfine, caractérisée par le fait que ladite gaine d'étanchéité (19) ou tube (12) est réalisé en polyoléfine réticulée par hydrolyse, notamment en polyéthylène, réticulé par hydrolyse.
- 2. Conduite tubulaire flexible selon la revendication l, caractérisée par le fait que le taux de réticulation minimal du tube (12) ou de la gaine d'étanchéité (19) est suffisant pour, en présence de pétrole brut diphasique, assurer une étanchéité aux liquides, sans dégradation.
- 3. Conduite tubulaire flexible selon la revendication 1, ou 2, caractérisée par le fait qu'elle comporte des armures de renforcement (13,14,16,18).
  - 4. Conduite tubulaire flexible selon la revendication 3, caractérisée par le fait qu'elle comporte une pluralité de couches (13,14,15,16,17,18,19) distinctes, non liées, comprenant une armure de renforcement (13,14,16,18) distinctes, non liées, et une gaine extérieure (17) la conduite tubulaire flexible résistant au moins à une pression interne de 20 bars et ayant un diamètre interne supérieur ou égal à 25 mm.
  - 5. Conduite tubulaire flexible selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait qu'elle comporte au moins une nappe d'armure (16) pour résister à la traction axiale.
  - 6. Conduite tubulaire flexible selon la revendication 3, 4 ou 5, caractérisée par le fait qu'elle comporte une voûte (13,14) pour résister à la pression.
- 7. Conduite tubulaire flexible selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait qu'elle comporte une armure non étanche (18) placée à l'intérieur de la gaine d'étanchéité en polyoléfine, notamment en polyéthylène réticulé (19).
- 8. Conduite tubulaire flexible de type flexible hydraulique, caractérisée par le fait qu'elle comporte un tube (12) interne en polyoléfine réticulée par silane, notamment en polyéthylène réticulé par silane, une armure (16) et une gaine extérieure (17).
- 9. Conduite tubulaire flexible ombilicale, caractérisée par le fait qu'elle comporte au moins une conduite tubulaire flexible (11) selon la revendication 8.
- 10. Conduite tubulaire flexible selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que la gaine d'étanchéité (19) ou le tube (12) est réalisée en polyéthylène réticulé à au moins 75%.

5

10

15

20

25

30

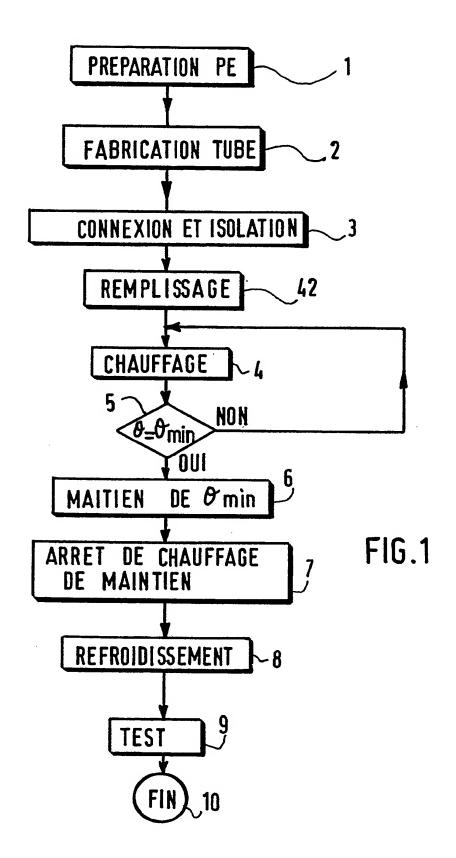
\*\*...

5

- 11. Procédé de fabrication de conduites tubulaires flexibles comportant un tube ou une gaine d'étanchéité interne en polyoléfine, notamment en polyéthylène, caractérisé par le fait qu'il comporte une étape consistant à réticuler par hydrolyse le tube (12) ou la gaine (19) en polyoléfine notamment en polyéhtylène.
- 12. Procédé selon la revendication 9, caractérisé par le fait qu'il comporte une étape consistant à remplir la conduite tubulaire flexible (11) avec un fluide chaud pour, par une augmentation de la température de la gaine d'étanchéité (19) ou du tube (12) en polyoléfine, notamment en polyéthylène, accélérer la réticulation de la polyoléfine notamment du polyéthylène.
- 13. Procédé selon la revendication 11 ou 12, caractérisé par le fait qu'il comporte une étape consistant à remplir la conduite tubulaire flexible (11) avec de l'eau permettant la réaction d'hydrolyse.
- 14. Procédé selon la revendication 11, 12, ou 13, caractérisé par le fait que l'étape de réticulation de la gaine d'étanchéité (19) ou du tube (12) de la conduite tubulaire flexible (11) est réalisée postérieurement à l'assemblage définitif de la conduite tubulaire flexible (11).
- 15. Procédé selon l'une quelconque des revendications l1 à 14, caractérisé par le fait que la réticulation de la gaine d'étanchéité en polyoléfine, notamment en polyéthylène (19) ou du tube (12) est réalisée à un moment, où suite à un montage d'autres couches, la gaine d'étanchéité en polyoléfine, notamment en polyéthylène (19) ou le tube (12) n'est pas accessible.
  - 16. Procédé selon les revendications 12 et 13, caractérisé par le fait que l'on utilise de l'eau comme fluide de chauffage.
  - 17. Procédé selon la revendication 16, caractérisé par le fait que l'eau est au moins en partie en phase liquide.
- 18. Procédé selon l'une quelconque des revendications 11 à 17, caractérisé par le fait que l'étape de réticulation est effectuée une fois la conduite tubulaire flexible (11) enroulée sur un support de stockage (23).
- 19. Procédé selon les revendications 13,14,15,16,17, ou 18, caractérisé par le fait que pendant l'étape de réticulation de la gaine d'étanchéité (19) en polyoléfine, notamment en polyéthylène, on maintient dans la conduite tubulaire flexible (11) une pression pour permettre à l'eau d'atteindre la gaine d'étanchéité en polyoléfine notamment en polyéhtylène (19) en traversant des couches intermédiaires (18).

- 20. Dispositif de réticulation par hydrolyse d'éléments en polyoléfine notamment en polyéthylène comportant une source d'eau et des moyens de chauffage, caractérisé par le fait que ledit dispositif comporte des moyens (24) pour réaliser la connexion entre la source d'eau (20) et une conduite tubulaire flexible (11) comportant une gaine d'étanchéité (19) ou un tube (12) en polyoléfine notamment en polyéthylène à réticuler.
- 21. Dispositif selon la revendication 20, caractérisé par le fait qu'il comporte des moyens (27) pour la mise en circulation de l'eau à travers la conduite tubulaire flexible (11) et les moyens de chauffage (35) avec un débit permettant de compenser les pertes thermiques.
- 22. Dispositif selon la revendication 20 ou 21, caractérisé par le fait qu'il comporte des moyens (27) pour faire circuler dans la conduite tubulaire flexible (11) de l'eau au moins en partie en phase liquide.
- 23. Dispositif selon la revendication 18,20,21, ou 22, caractérisé par le fait qu'il comporte des moyens (22) d'isolation thermique de la conduite tubulaire flexible (11).
- 24. Dispositif selon la revendication 20,21,22 ou 23, caractérisé par le fait qu'il comporte des moyens (29) pour maintenir à 1'intérieur de la conduite tubulaire flexible (11) une pression suffisante pour que l'eau atteigne la gaine (19) en polyétylène à réticuler.

5



BNSDOCID: <FR\_\_\_\_\_2663401A1\_I\_>

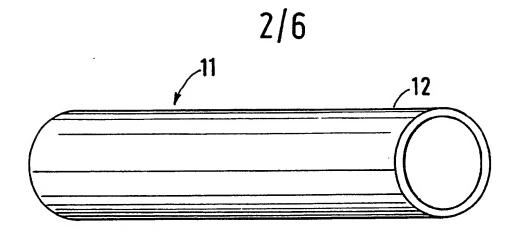
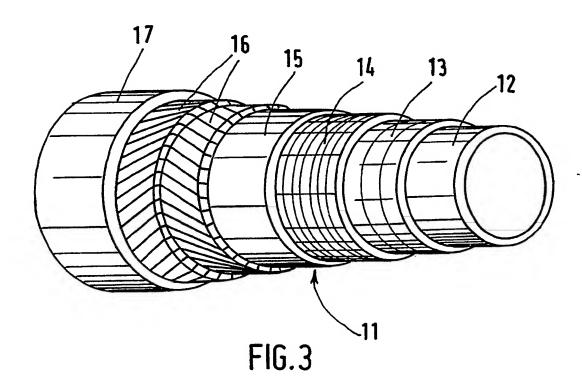
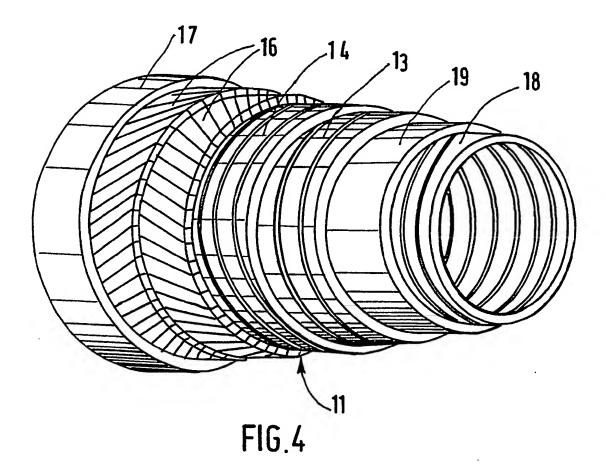
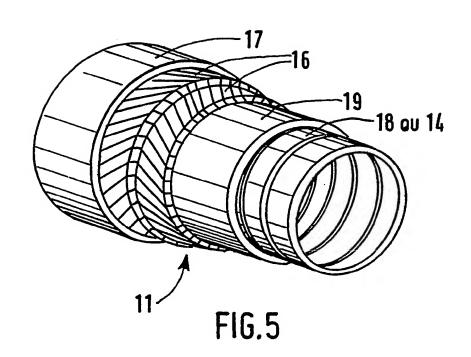


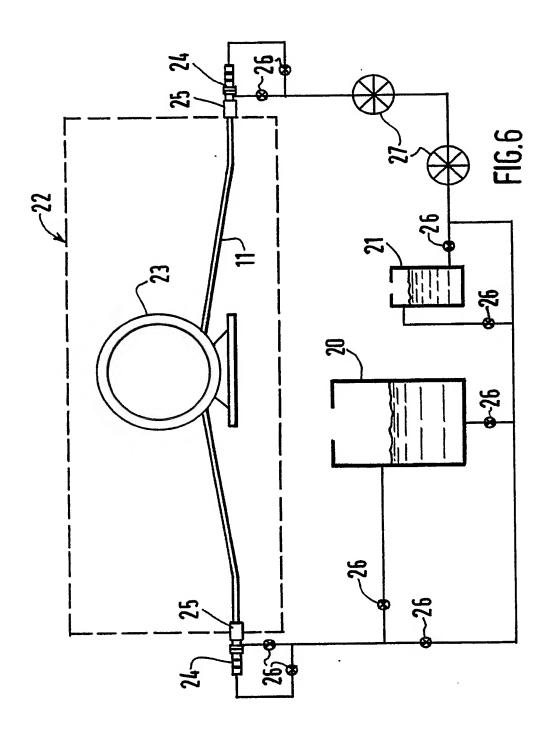
FIG.2

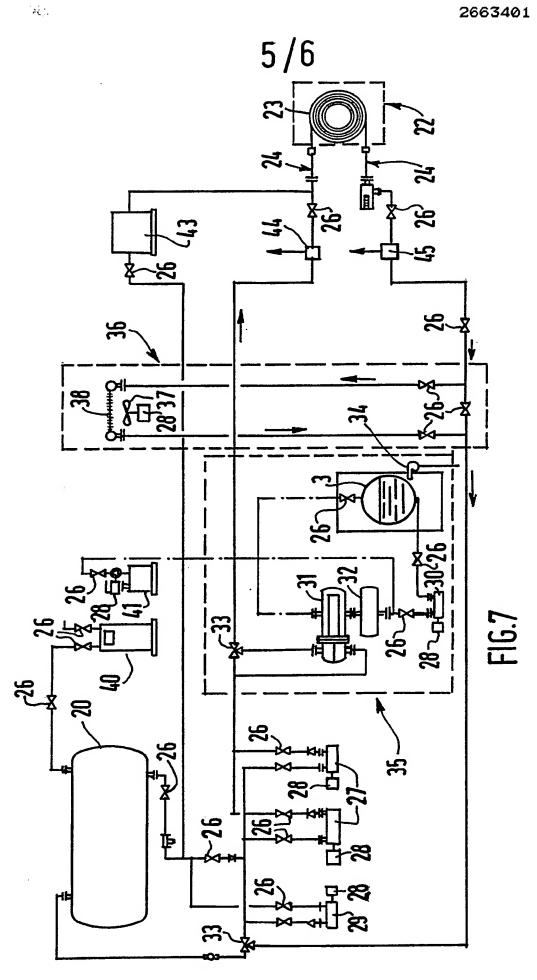




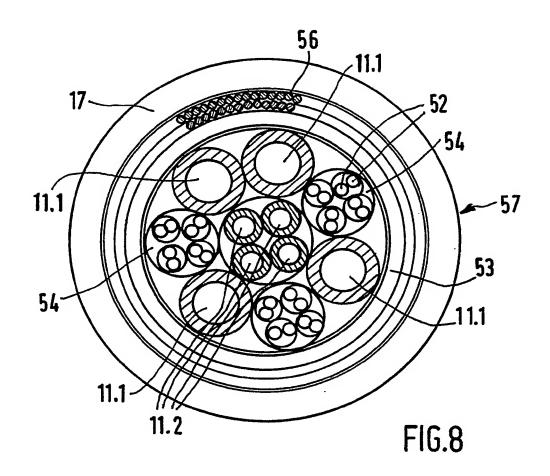
3.







6/6



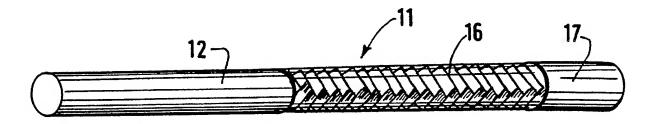


FIG.9

## REPUBLIQUE FRANÇAISE

No d'enregistrement national

#### INSTITUT NATIONAL

de la

PROPRIETE INDUSTRIELLE

#### RAPPORT DE RECHERCHE

établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche

9007576 FR 443870 FA

DOC	JMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS	Revendications concernées			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	de la demande examinée			
A	AT-B-286036 (SCHAERER) * le document en entier *	1, 10, 11			
A	FR-A-2225681 (PONT-A-MOUSSON) * page 2, lignes 23 - 37; revendications 1, 6 *	1, 10, 11, 19, 24			
A	EP-A-0147288 (INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE)  * abrégé; figure 3 *	1, 3-6			
A	GB-A-2059538 (INSTITUT MATEMATIKI I MEKHANIKI AN AZERBAIDZHANSKOI) * abrégé *	1, 3-6			
A	FR-A-2611582 (HUTCHINSON) * revendication 1 *	1, 3			
D,A	EP-A-0087344 (INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE)  * page 16, lignes 4 - 19; revendications 10-12 *	1, 11. 12, 19			
A	FR-A-2596696 (INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE)		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. CL5)		
			F16L		
	·				
			Examinateur		
Date d'achèvement de la recherche Exeminateur  19 MARS 1991 SCHAEFFLER C.A.A.					

EPO FORM 1503 03.52 (

- T: théorie ou principe à la base de l'invention
  E: document de brevet bénéficiant d'une date antérieure
  à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date
  de dépôt ou qu'à une date postérieure.
  D: cité dans la demande
  L: cité pour d'autres raisons

- & : membre de la même famille, document correspondant

## THIS PAGE BLANK (USPTO)